

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19)世界知的所有権機関  
国際事務局



(43)国際公開日  
2005年8月25日 (25.08.2005)

PCT

(10)国際公開番号  
WO 2005/078354 A1

(51)国際特許分類<sup>7</sup>:

F24H 1/10

(74)代理人: 高橋 三雄, 外(TAKAHASHI,Mitsuo et al.);  
〒160-0023 東京都新宿区西新宿7丁目11番17号  
新宿西ビル5階 Tokyo (JP).

(21)国際出願番号:

PCT/JP2004/001564

(22)国際出願日:

2004年2月13日 (13.02.2004)

(25)国際出願の言語:

日本語

(26)国際公開の言語:

日本語

(71)出願人(米国を除く全ての指定国について): ジーエルサイエンス株式会社 (GL SCIENCES INCORPORATED) [JP/JP]; 〒163-1130 東京都新宿区西新宿6丁目22番1号 Tokyo (JP).

(72)発明者; および

(75)発明者/出願人(米国についてのみ): 倉野 光弘 (KURANO,Mitsuhiro) [JP/JP]; 〒358-0032 埼玉県入間市狭山ヶ原237番地の2 ジーエルサイエンス株式会社 総合技術センター内 Saitama (JP).

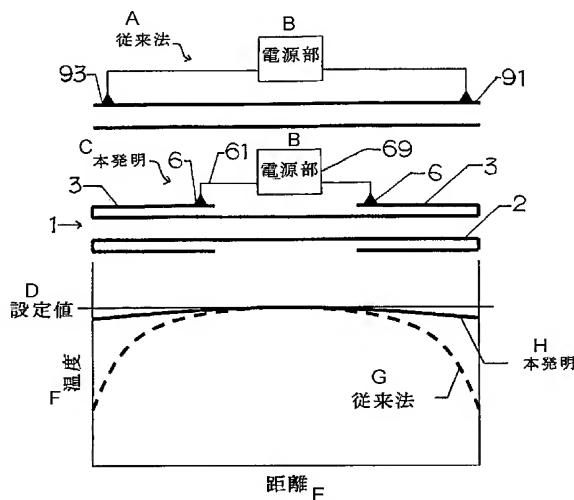
(81)指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84)指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH,

[続葉有]

(54)Title: DIRECT HEATING TUBE AND METHOD OF HEATING FLUID USING THE SAME

(54)発明の名称: 直接加熱管及び該管を用いた流体の加熱方法



A...CONVENTIONAL METHOD  
B...POWER SUPPLY PORT  
C...PRESENT INVENTION  
D...SET VALUE

E...DISTANCE  
F...TEMPERATURE  
G...CONVENTIONAL METHOD  
H...PRESENT INVENTION

(57)Abstract: A direct heating tube having a sufficient heating rate and a sufficient cooling rate, having no cold spot therein to provide a uniform temperature distribution on the entire part thereof or provide a temperature distribution with a specified temperature gradient to keep constant the temperature of fluid passed through the tube or provide a specified change in the temperature of the fluid. Devices such as detectors and ovens near the tube are not affected by the heating of the tube. At the specified heated position of the tube, a second heating tube connected to the first heating tube is installed on the outside of the first heating tube, and an electrode part is connected to the second heating tube.

[続葉有]

WO 2005/078354 A1



CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

添付公開書類:  
— 國際調査報告書

---

(57) 要約: 充分な加熱速度及び冷却速度を備えると共に、管内にコールドスポットがなく全体が均一な温度分布となり、或いは、所望の温度勾配を有する温度分布となり、管内を通過させる流体の温度を一定に保ち、或いは該流体の温度に所望の変化を与えることが可能な直接加熱管、又、管を加熱することによっても近傍の検出器やオープン等の装置への悪影響を及ぼさない直接加熱管を提供することを目的とし、管の加熱所望部位において、第一の加熱管の外側に第一の加熱管に接続した第二の加熱管を設け、第二の加熱管に電極部を接続した。

## 明細書

## 直接加熱管及び該管を用いた流体の加熱方法

5

## 技術分野

本発明は液体、気体等の流体を通過させる際に、管を加熱することにより該流体を加熱する直接加熱管に関し、詳しくはガスクロマトグラフにおいて加熱されるカラム、ガスクロマトグラフの試料注入口の加熱管やガスクロマトグラフ質量分析計（G C／M S）における分析カラムからイオン化室に試料を導入するカラムを保温するためのヒートパイプ（トランスファーライン）、ガスクロマトグラフのカラムから水素炎イオン化検出器（F I D）等の検出器への試料の導入に用いられる加熱される管等であって、電極を管に接続し、直流又は交流の電流を管に直接流して直接加熱される直接加熱管に関する。

## 背景技術

ガスクロマトグラフにおいて、成分分離を行う分離カラムに試料を導入する前にキャピラリーカラムや充填カラムを用いて試料を濃縮し、分析対象成分の分析感度を上げることが行われている。又、ガスクロマトグラフへの試料の導入において、コールドオンカラム注入法やプログラム昇温気化法（P T V法）が用いられている。又、ガスクロマトグラフ質量分析計（G C／M S）を用いる場合或いはガスクロマトグラフの検出器として水素炎イオン化検出器（F I D）等の検出器を用いる場合、分析カラムから溶出した成分を質量分析計のイオン化室或いは水素炎イオン化検出器の水素炎部に導入するとき、カラムを保温する等、気体状

の試料等を搬送する場合に、気体の凝縮が起こらないように加熱したパイプ、即ちヒートパイプを用いることが行われている。

ガスクロマトグラフにおける試料の濃縮、捕集方法としては主に、試料中の分析対象成分を選択的に吸着捕集する充填剤を充填した充填カラムに試料を送り込み分析対象成分を充填剤に吸着捕集させた後、該カラムを加熱して分析対象成分を充填剤から脱着させる方法や、冷却したカラムに試料を送り込み、試料中の分析対象成分をカラムの内壁に吸着凝縮させて凝集した後に該カラムを加熱して分析対象成分を気化させて高速で脱着させる方法等がある。

そして、このカラムの加熱方法には、例えば第一に第10図に示すようにシースヒーターのように絶縁されたヒーター管90を直接カラム等の加熱対象の管91（以下単に管91という）に巻くことにより管を加熱する方法、第二に第11図に示すように管91とその周りに形成した外管92からなる二重管構造の管を用い、加熱された空気等の高温ガスを外管92と管91の間に形成された空間に通すことにより管を加熱する方法、更には第三に第12図に示すように、直接加熱管を用いる方法であって、管91の両端に電極93、93を設けて、直接管91に直流又は交流の電流を流すことで、管91を加熱する方法、第四に第13図に示すようにアルミニウム、真鍮などの加熱ブロック94に管91と共にヒーター95、センサー96を挿入して加熱し、それによって挿入された管91を加熱保温する方法等があり、例えば、特表平5-502734や特開平6-222048に開示されている。

又、ガスクロマトグラフ質量分析計（GC／MS）を用いる場合或いは水素炎イオン化検出器（FID）等の検出器を用いる場合のガスクロマトグラムのカラムから質量分析計や水素炎イオン化検出器（FID）等の検出器への試料の運搬に用いられるヒートパイプ、或いはガスクロ

マトグラフの試料の各種導入法におけるカラムや気化室においても上記と同様の管の加熱方法が用いられている。

しかし、これらの従来のカラムやヒートパイプ等の加熱方法は以下の問題点を有していた。即ち第一の方法はいたって簡単に実施することができるが、例えばガスクロマトグラフに使用するクライオトラップのように、冷却と加熱が交互に行われて、その温度変化が激しい場合、ヒーターの電気的絶縁が破壊されて、危険が伴うことがある。従って、設計上充分な絶縁距離及び安全なワット密度を有するヒーターを選択して使用しなければならず、その結果、管が加熱される速度が充分な速さでないことがある。この加熱速度は第14図に示すようにクロマトグラムピークの形状に大きく影響を及ぼす。即ち、昇温速度が早いほど試料バンドを狭くし、試料を高感度に検出することが可能となり、昇温速度が遅いほど試料バンドが広くなり、試料を高感度に検出することができなくなるのである。

又、第二の方法も第一の方法と同様に加熱速度が遅いことが第一の欠点である。なぜなら、気体の比熱容量は非常に小さいために、もし急速な加熱を要求するのであれば、大量の高温ガスを一気に流すことが必要であるが、これを実現するためには装置が大掛かりとなり、製作コストも高くなる。

又、第三の方法は管91自身をヒーターの変わりとして、直接電流を流すことにより、非常に高速な加熱速度を得ることができる。しかし、従来の直接加熱方法では両端の電極部分にヒートマス（熱質量）を有するため、どうしても両端部分の温度が低い、所謂コールドスポットをしてしまうという問題点がある。そして、これを回避するために、両端にわざわざ別途、保温するための加熱部を追加する等の対策を施していた。又、一般的に電極93と電源部との接続には、ニッケル線や銅線等

の電気抵抗の小さい材料を用いているが、電極 9 3 の熱質量をできるだけ小さくするために、電線を直接管に溶接あるいはロウ付けするなど非常に組み立てが複雑になっていた。

又、第四の方法は、極めて簡単に実施することができ、ガスクロマトグラフの試料導入部にはよく使用されている。しかし、熱容量が大きいために、加熱するまでの時間を多く必要とすること、逆に冷却を行う場合に、その時間を多く必要とするなど、近年多く使用されるようになったコールド注入法には適応できないのが現実である。又、水素炎イオン化検出器等の検出器への導入部に用いる場合、コレクター部は冷却された状態が望ましいが、この方法を用いた場合にはコレクター部まで加熱してしまい、又、ガスクロマトグラムのオーブンをも加熱することになり、検出器やオーブン等への好ましくない影響を与えていた。

そこで、本発明は従来の上記問題点を解決し、充分な加熱速度及び冷却速度を備えると共に、管内にコールドスポットがなく全体が均一な温度分布となり、或いは、所望の温度勾配を有する温度分布となり、管内を通過させる流体の温度を一定に保ち、或いは該流体の温度に所望の変化を与えることが可能な直接加熱管を提供することを目的とする。又、管を加熱することによっても近傍の検出器やオーブン等の装置への悪影響を及ぼさない直接加熱管、更には廉価に製造可能である簡単な構成の直接加熱管を提供することを目的とする。又、電極部に関して組み立てやすさを考慮した設計が可能な直接加熱管を提供することを目的とする。更に、管内を通過させる流体の温度を一定に保ち、或いは該流体の温度に所望の変化を与える加熱方法を提供することを目的とする。

## 25 発明の開示

上記課題を解決するための第一の手段は、流体を通過させる際に該流

体を加熱する直接加熱管であって、該管の加熱所望部位において、第一の加熱管の外側に第一の加熱管に接続した第二の加熱管を設けたことを特徴とする直接加熱管である。

又、第二の手段は、第一の手段において、直接加熱管の加熱所望部位の全長に渡って第二の加熱管を設けたことを特徴とする直接加熱管である。  
5

又、第三の手段は、第一の手段において、直接加熱管の加熱所望部位の両端部に第二の加熱管を設けたことを特徴とする直接加熱管である。

又、第四の手段は、第一の手段において、直接加熱管の加熱所望部位  
10 の一端部に第二の加熱管を設けたことを特徴とする直接加熱管である。

又、第五の手段は、第一乃至第4の手段のいずれか一手段において、第二の加熱管に電極部を接続したことを特徴とする直接加熱管である。

又、第六の手段は、第五の手段において、第二の加熱管に電極部を直  
接接続したことを特徴とする直接加熱管である。

15 又、第七の手段は、第一乃至第六の手段のいずれか一手段において、第一の加熱管又は／及び第二の加熱管の肉厚に勾配変化を設けたことを特徴とする直接加熱管である。

又、第八の手段は、第一乃至第七の手段のいずれか一手段において、直接加熱管はカラム又はヒートパイプであることを特徴とする直接加熱  
20 管である。

又、第九の手段は、管の加熱所望部位において、第一の加熱管の外側に第一の加熱管に接続した第二の加熱管を設けた直接加熱管を用い、第二の加熱管に電極部を接続して第一の加熱管を加熱し、該管内を通過する流体を加熱する方法である。

25 上記のような本発明によれば、直接加熱管は充分な加熱速度及び冷却速度を備えると共に、管内にコールドスポットがなく全体を均一な温度

分布とすること、又、所望の温度勾配を有する温度分布とすることが可能となり、管内を通過させる流体の温度を一定に保ち、或いは該流体の温度に所望の変化を与えることが可能となった。又、直接加熱管を加熱することによっても近傍の検出器やオープン等の装置への悪影響を及ぼすことがなくなった。更には直接加熱を廉価に製造可能である簡単な構成とすることことができた。又、直接加熱管の電極部に関して組み立てやすさを考慮した設計が可能となった。

#### 図面の簡単な説明

10 第1図は本発明一実施例斜視図であり、第2図は本発明他実施例断面図であり、第3図は本発明と従来法の効果の違いを示す概略図であり、第4図は本発明一実施例概念図であり、第5図は本発明実施例1の縦断面図であり、第6図は本発明実施例1の比較例の縦断面図であり、第7図は本発明実施例1と比較例の効果の違いを示すグラフであり、第8図  
15 は本発明実施例2の縦断面図であり、第9図は本発明実施例3の縦断面図であり、第10図は本発明実施例4の縦断面図であり、第11図は加熱管の従来例を示す断面図であり、第12図は加熱管の従来例を示す断面図であり、第13図は直接加熱管の従来例を示す断面図であり、第14図は加熱管の従来例を示す断面図であり、第15図は管の昇温速度が  
20 クロマトグラムピークの形状に及ぼす影響を示すクロマトグラムである。

#### 発明を実施する為の最良の形態

以下本発明を実施するための最良の形態を図に従って説明する。直接加熱管1（以下単に管1という）は円筒状の第一の加熱管2と第一の加熱管2の外側に設置した円筒状の第二の加熱管3、3を備えて構成されている。第二の加熱管3、3は第一の加熱管2の両端から外方へ放射状

に第一の加熱管 2 に垂直に植立したフランジ 4, 4 の端部から第一の加熱管 2 中心部方向へ適宜長に形成し、第二の加熱管 3 の側面は第一の加熱管 2 の側面と平行に、即ち第二の加熱管 3 は第一の加熱管 2 の外側に第一の加熱管 2 と同心円上に設置している。このようにして管 1 の第二 5 の加熱管 3 を設けた箇所は二重管構造を備えている。

管 1 は充填カラム、固定相をコーティング或いは充填している又はしていないキャピラリーカラム等の各種カラム、ヒートパイプ、ガスクロマトグラフ質量分析計のガスクロマトグラフと質量分析計間のトランスファーラインその他加熱することが必要な各種直接加熱管として使用さ 10 れるものである。管 1 は第一の加熱管 2 内に加熱対象の流体を直接通過させるものと、第一の加熱管 2 内に加熱対象の流体を通過させる別途の管を設置するものがある。管 1 に用いられる材料は管 1 の用途とそれに適合する使用温度範囲に依存し、主に銅、アルミニウム、ステンレス等の金属、合金であり、耐熱性金属又はステンレススチールが多くの用途 15 に適合するが、導電性セラミックや導電性ポリマーも使用が可能である。管 1 の全長は特に限定されず、その用途に応じて決定するが、主に概ね 10 ~ 500 mm の範囲のものが使用される。

第二の加熱管 3 及びフランジ 4 は第一の加熱管 2 と同一の素材を用いることが望ましいが、電気の良導体であり熱伝導率が高い他の素材を用 20 いて構成することも可能である。又、第一の加熱管 2 と第二の加熱管 3 の接続部は通常その熱質量が最少になるようになることが望ましい。

第一の加熱管 2 は従来の直接加熱管そのものに相当し、第二の加熱管 3 は管 1 の加熱所望部位における第一の加熱管 2 内の温度分布を一定に保つ、或いは所望の温度勾配を有する温度分布とするための管である。 25 即ち、第二の加熱管 3 は第二の加熱管 3 に設置した電極部 6 から通電されることにより、第一の加熱管 2 に通電して加熱すると共に、第二の加

熱管 3 自体が加熱され、放熱して第一の加熱管 2 をその放射熱により加熱する作用を備える管である。ここで加熱所望部位とは管 1 の全長の内第一の加熱管 2 内の加熱をするべき範囲であり、管 1 の全長に渡る場合やその一部の場合がある。

5 第二の加熱管 3 は管 1 の加熱所望部位の少なくとも一部分に設け、加熱所望部位の適宜範囲を二重管構造とする。第二の加熱管 3 の設置態様としては、管 1 の全長が加熱所望部位である場合には、上述のように第二の加熱管 3, 3 を第一の加熱管 2 の両端部に設ける他、両端を第一の加熱管 2 に接続した一本の第二の加熱管 3 を第一の加熱管 2 の全長に渡  
10 って設けて管 1 の全長を二重管構造としてもよい。又、管 1 の一部が加熱所望部位である場合には、加熱管 3, 3 を加熱所望部位の第一の加熱管 2 の両端から中心方向へ延設して管 1 の適宜の範囲を二重管構造とし、或いは加熱所望部位の両端と接続した一本の第二の加熱管 3 を加熱所望部位に渡って設けて加熱所望部位の全長を二重管構造としてもよい。又、  
15 管 1 の加熱所望部位の一端部は加熱所望温度を維持し、他端部は所望加熱温度より低温でもよい場合には、第二の加熱管 3 を管 1 の加熱所望部位の加熱所望温度を維持したい側の一端にのみ設けることとしてもよい。

フランジ 4 は第二の加熱管 3 を第一の加熱管 2 に接続する部材である。尚、フランジ 4 は第二の加熱管 3 を第一の加熱管 2 に固定すると共に第一の加熱管 2 の外側に適宜距離にて保持可能であればその植立方向は限  
20 定されず、必ずしもフランジ 4 の端部に第一の加熱管 2 又は第二の加熱管 3 を接続する必要はなく、フランジ 4 の適宜箇所に第一の加熱管 2 又は第二の加熱管 3 を接続することとしてもよい。フランジ 4 は環状であ  
25 って肉厚を第一の加熱管 2 或いは第二の加熱管 3 と同等とするほか、適宜の厚みを持たせることとしてもよく、更には管 1 とカラム等との接続に用いるカラム接続口等の部材をフランジとして用いることとしてもよ

い。又、フランジ4を設けずに第二の加熱管3を第一の加熱管2に溶接等により直接接続することとしてもよい。

管1、即ち第一の加熱管2の全長は特に限定されず、その用途に応じて決定するが、概ね10～500mmの範囲のものが使用される。第二5の加熱管3の全長は特に限定されないが、要求される第一の加熱管2内の温度勾配に応じて設定すればよく、0mm～第一の加熱管2の全長の範囲で設定可能である。ここで、0mmとは第二の加熱管3を管1の所望加熱部位の一端部にのみ設ける場合の第二の加熱管3を設けない他端部、又は管1の所望加熱部位の一端部には第二の加熱管3、他端部には10フランジ4のみを設けて該フランジ4に電極を接続する場合を意味している。

第一の加熱管2の径D1は特に限定されず、その用途に応じて適宜に設計すればよいが、概ね0.5～25mmの範囲が主に用いられる。第二の加熱管3の径D2は第一の加熱管2の径D1以上であれば特に限定15されないが、通常第一の加熱管2の径に依存する。即ち第二の加熱管3の径は、 $D_2 = D_1 + \Delta D$ で求められ、 $\Delta D$ は概ね1～10mmの範囲に設定することが妥当である。ここで第一の加熱管2と第二の加熱管3の距離は $1/2 \Delta D$ である。勿論 $\Delta D$ はこの範囲に限定されず、加熱のために要求される電源容量、加熱管に設置される温度センサー、加熱管20に設置される冷却機構等の外的要因に応じて適宜の値とすることが可能である。尚、 $\Delta D$ は第二の加熱管3をフランジを用いずに直接第一の加熱管2に設置した場合、第一の加熱管2又は／及び第二の加熱管3の肉厚に勾配変化をもたせた場合には一定値ではなくなる。

第一の加熱管2の肉厚t1及び第二の加熱管3の肉厚t2は特に限定25されないが、使用される材料にも依存するが、略0.05～0.5mmの範囲が好ましい。尚、第一の加熱管2の肉厚t1及び第二の加熱管3

の肉厚  $t_2$  は加熱に用いられる電源容量にも依存される。又、第一の加熱管 2 の肉厚  $t_1$  及び第二の加熱管 3 の肉厚  $t_2$  は夫々の全長に渡って均一な厚さとするのではなく、温度勾配を均一にするため又は任意の温度勾配にするために肉厚に勾配変化をもたらすこととしてもよい。又、

5 第一の加熱管 2 の肉厚  $t_1$  及び第二の加熱管 3 の肉厚  $t_2$  は同一の肉厚としてもよいが、異なる肉厚としてもよい。勿論、第二の加熱管 3 の全長、肉厚  $t_2$  は加熱に用いられる電源容量により第二の加熱管 3 が放熱し第一の加熱管 2 をその放射熱により過熱可能な範囲にすることは必要である。

10 そして、第一の加熱管 2 及び第二の加熱管 3 の全長、径、及び肉厚を適宜調整することにより、フランジ 4 の有無により、更には電極部 6 の設置位置により第一の加熱管 2 内の温度勾配を任意に設定が可能である。又、第一の加熱管 2 と第二の加熱管 3 は円筒状に限定されず、断面が橢円形、正方形その他の多角形等に形成してもよく、第一の加熱管 2 と第  
15 二の加熱管 3 が異なる断面を有していてもよい。又、管 1 の諸地点において第二の加熱管 3 は第一の加熱管 2 と同心円上、又は第二の加熱管 3 と第一の加熱管 2 の距離を同一に設置することが望ましいが、必ずしも同心円上、同一の距離にする必要はない。

第二の加熱管 3 の外側には電極部 6 を設けている。電極部 6 と電源部  
20 6 9との接続には、特に限定されないが、導線 6 1 を用いニッケル線や銅線のような電気抵抗の小さい材料を用いることが望ましい。電極部は従来の一重管での直接加熱の場合、電極部の熱質量をなるべく小さくするため電線を直接管に溶接或いはロウ付けするなど、非常に組立が複雑となっていたが、本発明によれば電極部 6 の熱質量については考慮する必要がないので、組み立てやすさを重視した設計が可能である。従つて、電極部 6 は電線を直接第二の加熱管 3 に溶接或いはロウ付けするこ

5 とは勿論、導線 6 1 を第二の加熱管 3 を挿通可能な孔を有する電極プレート 6 2 に接続し、該電極プレート 6 2 に第二の加熱管 3 を挿通し、電極プレート 6 2 をナット 6 3 a, 6 3 で構成されるダブルナット 6 3 等を用いて固定する、或いは導線 6 1 を第二の加熱管 3 に巻き付けてダブルナット 6 3 で挟持固定する等適宜の設置方法が採用可能である。

10 電極部 6 は第二の加熱管 3 に直接設置する他、第二の加熱管 3 と接続した導電性を有するフランジ等に設置してもよい。又、所望加熱部位の一端のみに第二の加熱管 3 を設ける場合、他端の電極部 6 は第一の加熱管 2 に直接設置し或いは第一の加熱管 2 と接続したフランジ等に設置すればよい。

15 管 1 をこのように二重管の構成とし、第二の加熱管 3 に電極部 6 を設けることにより、第二の加熱管 3 と第一の加熱管 2 の間に放射熱の作用が働き、電極部 6 における熱質量の損失に伴う第一の加熱管 2 の温度低下を防止することが可能となる。その結果、第 3 図に示すように第一の加熱管 2 内の温度分布は、加熱管に直接電極部を設けた従来例では電極部を設けた管の端部の温度は設定値より大幅に低くなるのに対して、本発明の二重構造の管によれば管の端部の温度も略設定値を示し、管全体に渡って均一な温度分布を示すことが可能となる。

20 尚、第 4 図に示すように、管 1 には従来の直接加熱管と同様に第一の加熱管 2 に設置した温度センサー 9 7 を比較演算部 9 8 に接続し、設定部 9 9 において予め設定した管内の加熱所望温度と温度センサー 9 7 からの温度情報を比較演算部 9 8 で処理し、電源部 6 9 でフィードバック制御を行い、管 1 の加熱所望部位の温度を調整する構成としている。

#### (実施例)

25 以下本発明の二重管構造を備える管 1 の実施例を図に従って説明する。

#### (実施例 1)

第5図は本発明の直接加熱管1をガスクロマトグラムの試料導入部に応用した一実施例の縦断面図である。第一の加熱管2は試料気化部を構成し、第一の加熱管2の下端からフランジ4を放射状に植立し、該薄板環状のフランジ4外周端に第二の加熱管3を第一の加熱管2の略中間点まで第一の加熱管2と同心円状に設置している。その他通常のガスクロマトグラムの試料導入部と同様にカラム80、ライナー81、キャリアガスライン82、排出ライン83、セプタム84等を備えて構成されている。第一の加熱管2及び第二の加熱管3とフランジ4は溶接により結合している。第二の加熱管3の上端部にフランジ71、フランジ71の外周端にチューブ72、チューブ72の上端部にフランジ73を設け、フランジ73に電極部6を設置している。又、第一の加熱管2の上端部に第一の加熱管2から垂直且つ放射状に植立するフランジ75を設け、該フランジ75に電極部6を設置している。第一の加熱管2の外径は6.350mm、肉厚は0.152mm、長さは72mm、第二の加熱管3の外径は9.525mm、肉厚は0.152mm、長さは29mmであり、両管ともその材質はステンレススチールである。フランジ4、フランジ71、チューブ72、フランジ73及びフランジ75の肉厚は0.5mmであり、その材質はステンレススチールである。

この実施例1の比較例として、第6図に示すような加熱する管91の外側に加熱管でない、即ち発熱して、加熱をする管91をその放射熱で加熱する能力のない管であって肉厚0.5mm、材質はステンレススチールの通常の外管79を、実施例1の第二の加熱管3に替えて設け、外管79に電極部6を接続した構成とした試料導入部を用い、夫々の管内の温度分布を測定した結果を第7図に示す。第7図からもわかるように第二の加熱管3を設けた部分は下端において若干の温度低下が見られるもの、第二の加熱管3を設けない比較例のような極端な温度低下はなく、

管1の下端から10～40mmの範囲で略均一な温度分布となっている。一方比較例の一重管ではその温度分布に著しい変化が見られる。

(実施例2)

第8図は本発明の直接加熱管をガスクロマトグラムのクライオトラップ用のカラムに応用した一実施例の縦断面図である。管1、第一の加熱管2は全長100mm、第一の加熱管2の内径1mm、肉厚0.05mm、第一の加熱管2の両端部から高さ0.95mmの薄板環状のフランジ4、4を形成し、フランジ4から第一の加熱管2と同心円上に第二の加熱管3を設置し、第二の加熱管3は夫々長さ30mm、内径3mm、肉厚0.05mmとした。電極部6は導線61を電極プレート62に接続し、電極プレート62に第二の加熱管3を挿通してダブルナット63で挟持固定して構成し、フランジ4から20mmの位置に設置した。第一の加熱管2、第二の加熱管3及びフランジ4の材質はステンレススチールである。尚、ダブルナット63、63間には従来の冷却機構と同様の冷却用媒体入口42及び出口41を有する中空間40を備え、管1を被覆している。

(実施例3)

第9図は本発明の直接加熱管をガスクロマトグラムのカラム終端と検出器5(ここではFID)の接続部に応用した一実施例の縦断面図である。管1として全長60mmのヒートパイプを用い、全長60mm、外径1.6mmの第一の加熱管2の両端にフランジ4、4を設け、該フランジ4、4外周端部から第一の加熱管2中心方向へ、全長24mmの第二の加熱管3、3を設けた。第一の加熱管2及び第二の加熱管3の材質はステンレススチールである。ヒートパイプの検出器5側のフランジ4には幅0.8mmの薄板環状のフランジ4を用いているが、カラム側の、第一の加熱管2と第二の加熱管3の接続は、フランジ4としてステンレ

ス製のカラム接続口 4 9 を利用している。管 1 のカラム側端部の製造法としてはカラム接続口 4 9 に第二の加熱管 3 をレーザー溶接等により溶接し、その外側に第一の加熱管 2 を同様に溶接する方法が採用可能である。F I D 5 側の電極部 6 は導線 6 1 を第二の加熱管 3 を挿通可能な孔 5 を有する電極プレート 6 2 に接続し、該電極プレート 6 2 に第二の加熱管 3 を挿通し、電極プレート 6 2 を F I D に絶縁体 6 8 を介してボルト 5 9 で固定し、ガスクロマトグラフィー側の電極部 6 は導線 6 1 を電極プレート 6 2 に接続し、電極プレート 6 2 に第二の加熱管 3 を挿通してダブルナット 6 3 で挟持固定して構成した。電極部 6 , 6 はフランジ 4 10 から 1 6 mm の位置に設置した。カラム終端と検出器 5 の接続部に管 1 を応用することにより、管 1 即ちヒートパイプと検出器の接続部にオーリング 5 1 を使用することが可能になり、従来法と比較してガスクロマトグラムのオープン（図示せず）や F I D のコレクター部 5 2 に対する熱の影響を著しく低減可能となっている。

15 (実施例 4)

第 10 図は本発明の直接加熱管を G C / M S 用トランスファーラインに応用した一実施例の縦断面図である。G C / M S 用トランスファーラインとしての管 1 又は第一の加熱管 2 は一般的に全長 1 5 0 mm ~ 3 0 0 mm 、第二の加熱管 3 の全長 5 0 mm ~ 1 0 0 mm が使用されるが、20 特に限定されない。本実施例においては、第一の加熱管 2 を全長 1 5 0 mm 、外径 1. 6 mm 、肉厚 0. 1 5 mm とし、第一の加熱管 2 の両端にフランジ 4 , 4 を設け、該フランジ 4 , 4 外周端部から第一の加熱管 2 中心方向へ、全長 7 0 mm 、外径 3. 2 mm 、肉厚 0. 1 5 mm の第二の加熱管 3 , 3 を延設した。第一の加熱管 2 及び第二の加熱管 3 の材 25 質はステンレススチールである。イオン化源接続口 4 8 側のフランジ 4 には薄板環状のフランジ 4 を用いているが、カラム側の、第一の加熱管

2と第二の加熱管3の接続は、フランジ4としてステンレス製のカラム接続口49を利用している。管1のカラム側端部の製造法としてはカラム接続口49に第二の加熱管3をレーザー溶接等により溶接し、その外側に第一の加熱管2を同様に溶接する方法が採用可能である。電極部6  
5は導線61を電極プレート62に接続し、電極プレート62に第二の加熱管3を挿通してダブルナット63で挟持固定して構成し、第二の加熱管3の管1中心側端部に設置した。電極部6、6間には構造的強度増加のために筒状の絶縁体44を挟持させた。その他通常のGC/MS用トランスファーラインと同様にイオン化源接続口48、真空保持用フランジ45、温度センサー97等を備えて構成されている。  
10

本発明の二重構造を備える管1は上記実施例の直接加熱管に限定されず、キャピラリーカラムの一部を二重構造としたもの等各種カラム、ヒートパイプ、その他加熱することが必要な各種直接加熱管を含み、又、その数値に於いても各実施例の数値に限定されることなく、様々な数値  
15を採用することが可能である。

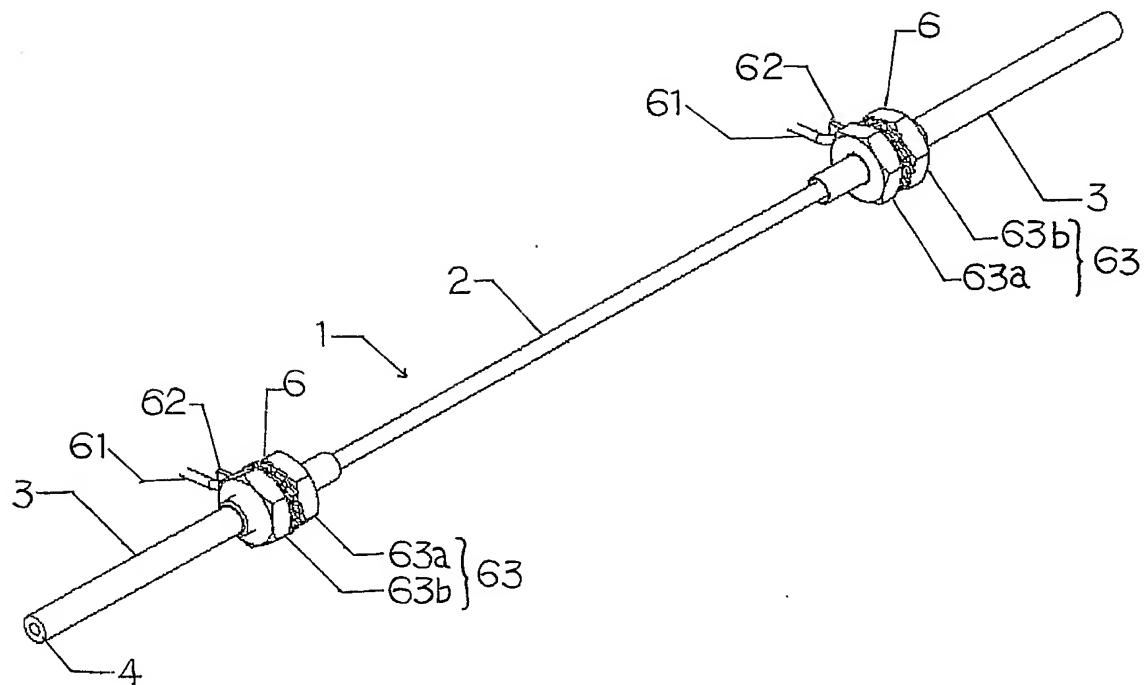
### 産業上の利用可能性

以上のように本発明はガスクロマトグラフにおいて加熱されるカラム、ガスクロマトグラフの試料注入口の加熱管やガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)における分析カラムからイオン化室に試料を導入するカラムを保温するためのヒートパイプ(トランスファーライン)、ガスクロマトグラフのカラムから水素炎イオン化検出器(FID)等の検出器への試料の導入に用いられる加熱される管等、流体を通過させる際に、直流又は交流の電流を管に直接流して管を加熱することにより該流  
25体を加熱する直接加熱管として有用である。

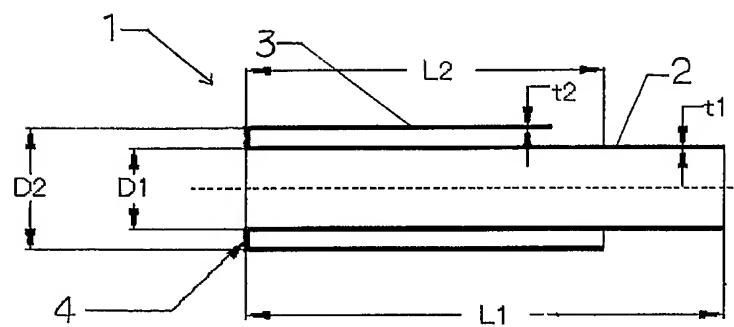
## 請求の範囲

1. 流体を通過させる際に該流体を加熱する直接加熱管であつて、該管の加熱所望部位において、第一の加熱管の外側に第一の加熱管に接続した第二の加熱管を設けたことを特徴とする直接加熱管。  
5
2. 直接加熱管の加熱所望部位の全長に渡って第二の加熱管を設けたことを特徴とする請求項1記載の直接加熱管。
3. 直接加熱管の加熱所望部位の両端部に第二の加熱管を設けたことを特徴とする請求項1記載の直接加熱管。  
10
4. 直接加熱管の加熱所望部位の一端部に第二の加熱管を設けたことを特徴とする請求項1記載の直接加熱管。
5. 第二の加熱管に電極部を接続したことを特徴とする請求項1乃至請求項4のうちいずれか一項に記載の直接加熱管。
6. 第二の加熱管に電極部を直接接続したことを特徴とする請求項5記載の直接加熱管。  
15
7. 第一の加熱管又は／及び第二の加熱管の肉厚に勾配変化を設けたことを特徴とする請求項1乃至請求項6のうちいずれか一項に記載の直接加熱管。
8. 直接加熱管はカラム又はヒートパイプであることを特徴とする請求項1乃至請求項7のうちいずれか一項に記載の直接加熱管。  
20
9. 管の加熱所望部位において、第一の加熱管の外側に第一の加熱管に接続した第二の加熱管を設けた直接加熱管を用い、第二の加熱管に電極部を接続して第一の加熱管を加熱し、該管内を通過する流体を加熱する方法。  
25

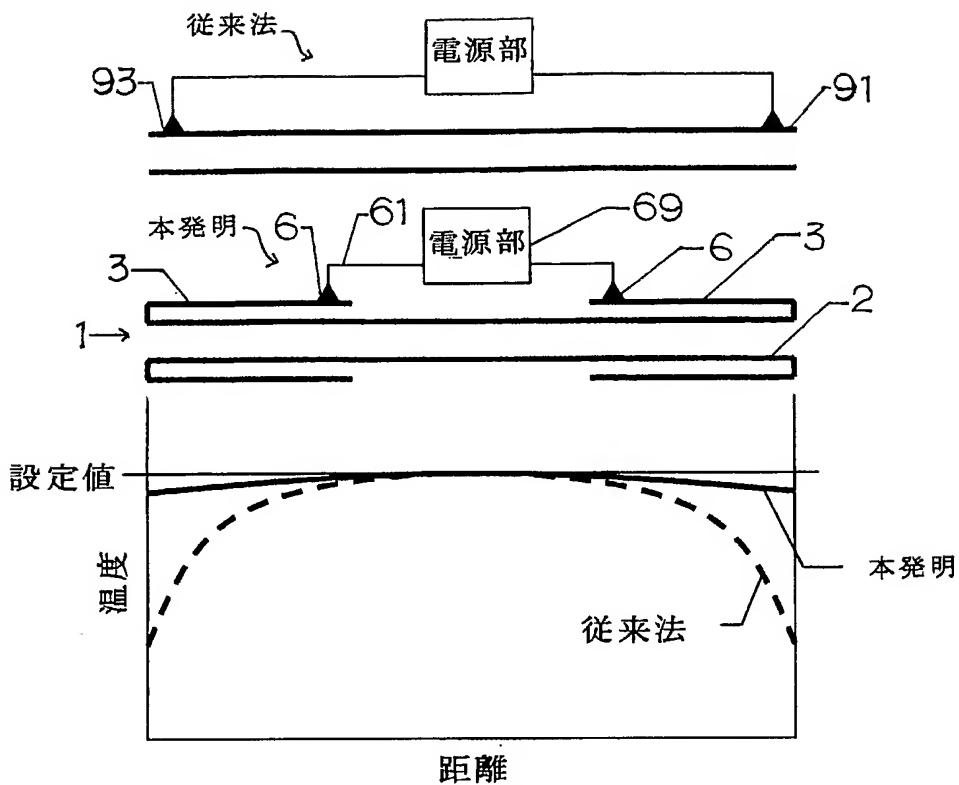
第 1 図



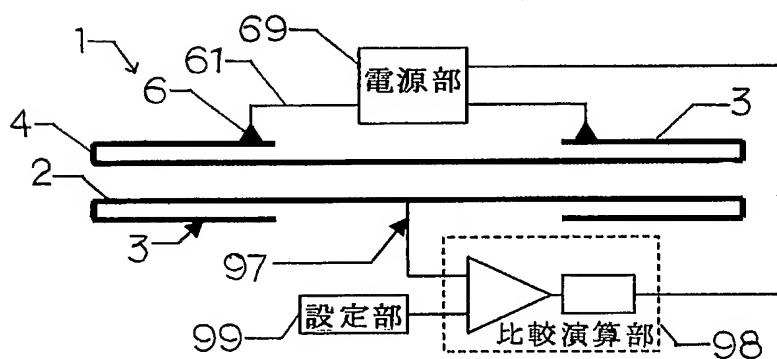
第 2 図



第3図

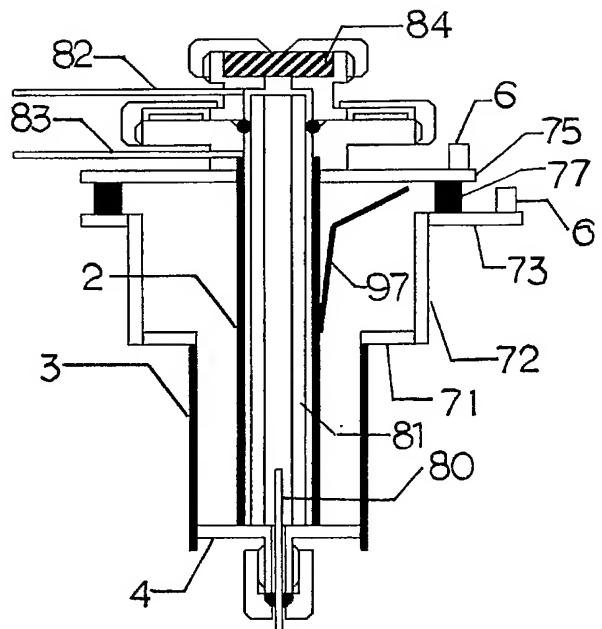


第4図

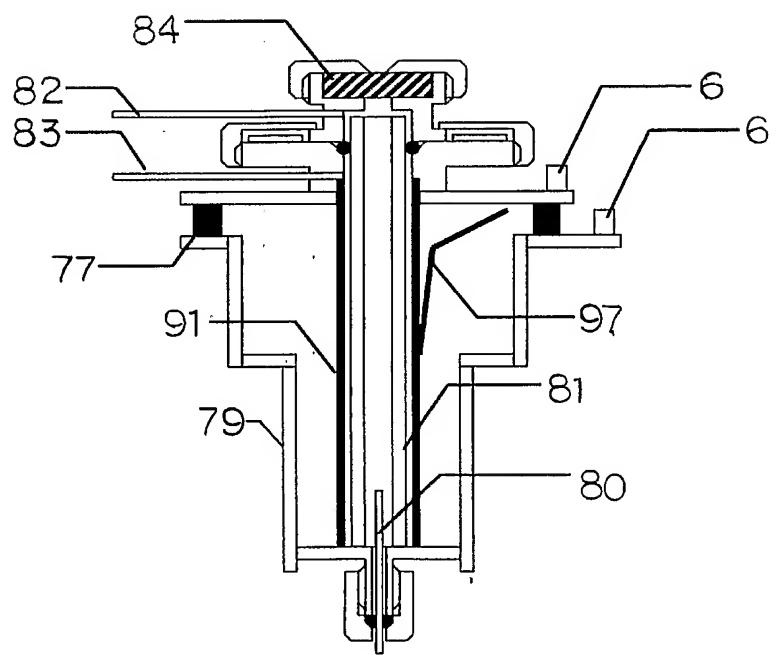


3 / 8

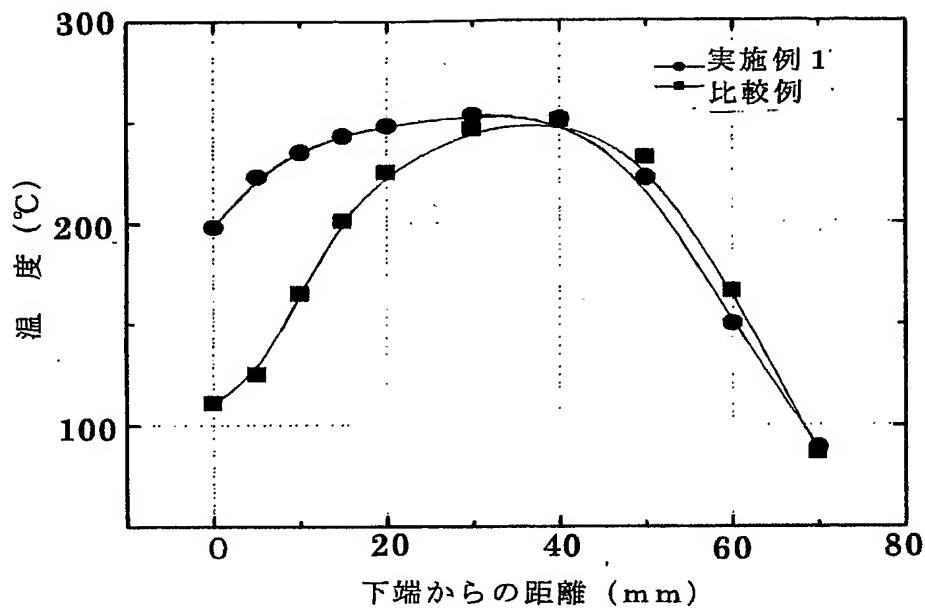
第 5 図



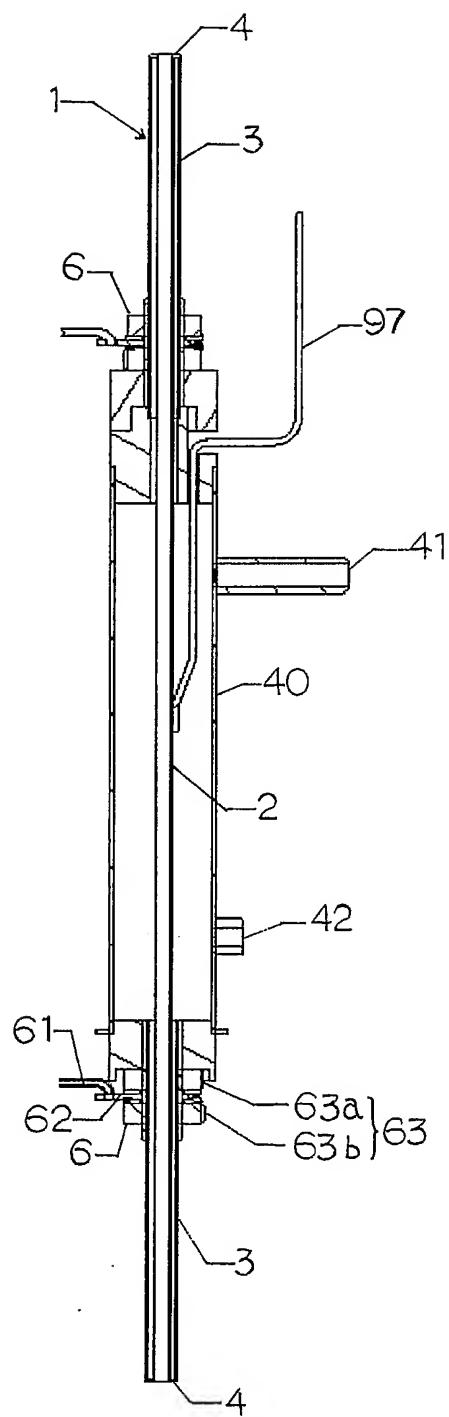
第 6 図



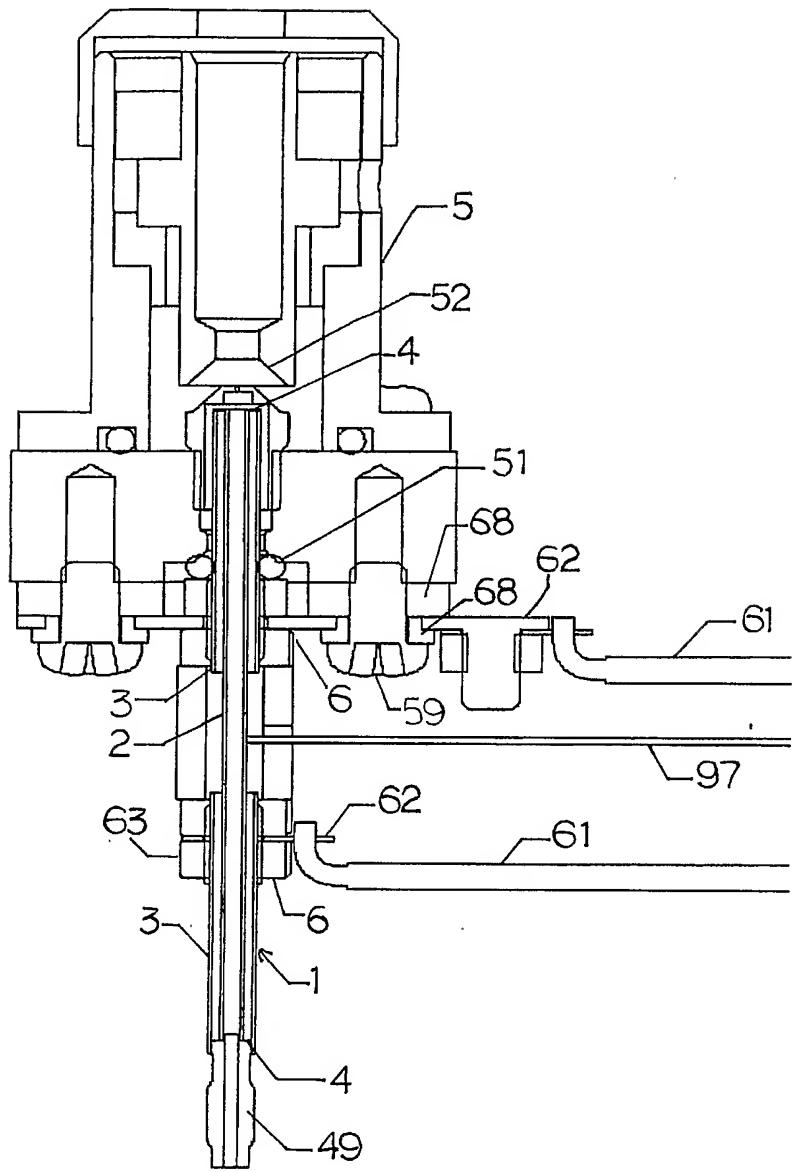
第 7 図



第 8 図

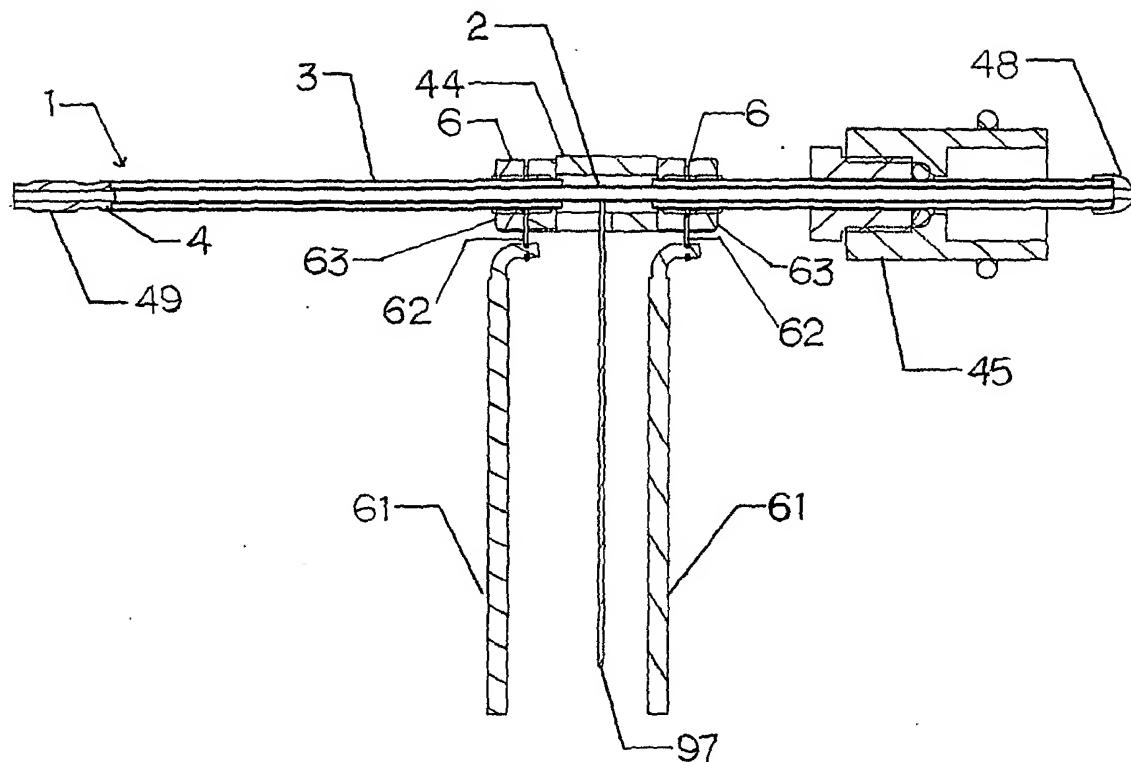


第9図

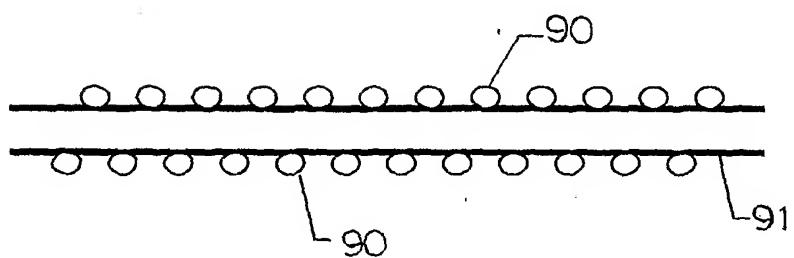


7 / 8

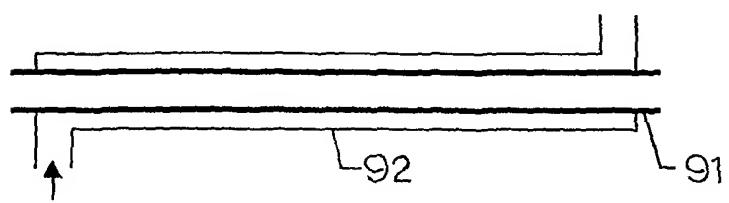
第 1 0 図



第 1 1 図



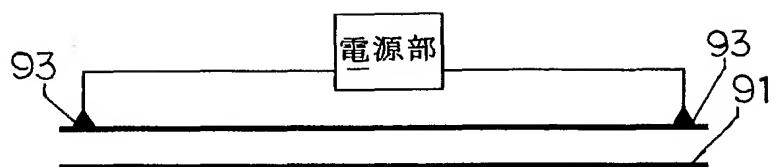
第 1 2 図



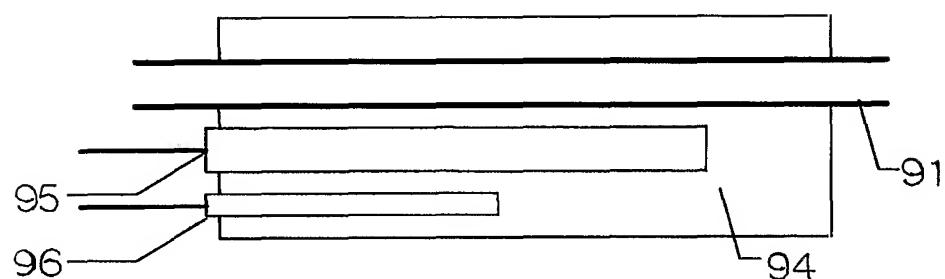
高温ガス

8 / 8

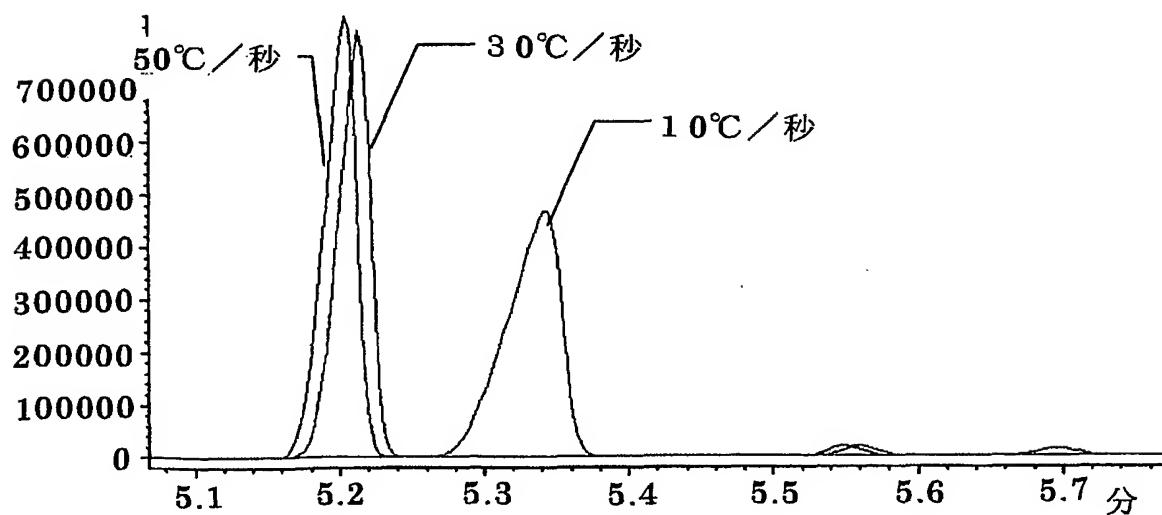
第13図



第14図



第15図



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/001564

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> F24H1/10

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> F24H1/10, G01N30/30, F17D1/18

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 60-198457 A (Yokogawa-Hewlett-Packard, Ltd.), 07 October, 1985 (07.10.85), Full text & EP 0152946 A2 & DE 3586004 A & US 4650964 A	1-9
Y	JP 55-132500 A (Showa Denki Kogyo Kabushiki Kaisha), 15 October, 1980 (15.10.80), Full text (Family: none)	1-9

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
12 April, 2004 (12.04.04)Date of mailing of the international search report  
27 April, 2004 (27.04.04)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int. C17 F24H1/10

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int. C17 F24H1/10, G01N30/30, F17D1/18

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2004年
日本国実用新案登録公報	1996-2004年
日本国登録実用新案公報	1994-2004年

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	J P 60-198457 A (横河・ヒューレット・パッカード株式会社) 1985.10.07, 全文 & EP 015294 6 A2 & DE 3586004 A & US 46509 64 A	1-9
Y	J P 55-132500 A (昭和電機工業株式会社) 1980.10.15, 全文 (ファミリーなし)	1-9

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願目前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 12.04.2004	国際調査報告の発送日 27.4.2004
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員) 久保 克彦 電話番号 03-3581-1101 内線 3337